

DERWENT-ACC-NO: 2003-122549

DERWENT-WEEK: 200622

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Process for the direct microstructuring of materials  
uses at least one ultra-short single pulse or a pulse  
train with defined energy input into the material

INVENTOR: BOYLE, M; HERTEL, I ; KORN, G ; RAZWAN, S ; ROSENFELD, A ; THOSS, A  
; STOIAN, R

PATENT-ASSIGNEE: FORSCHUNGSVERBUND BERLIN EV[FORSN]

PRIORITY-DATA: 2001DE-1025206 (May 14, 2001)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
ES 2248488 T3	March 16, 2006	N/A	000	G02B 006/12
EP <u>1260838</u> A2	November 27, 2002	G	005	G02B 006/12
DE 10125206 A1	December 5, 2002	N/A	000	B23K 026/36
DE 10125206 B4	March 10, 2005	N/A	000	B23K 026/36
EP <u>1260838</u> B1	September 7, 2005	G	000	G02B 006/12
DE 50204149 G	October 13, 2005	N/A	000	G02B 006/12

DESIGNATED-STATES: AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LT LU LV MC  
MK

NL PT RO SE SI TR AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE TR

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
ES 2248488T3	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
ES 2248488T3	Based on	EP <u>1260838</u>	N/A
EP 1260838A2	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
DE 10125206A1	N/A	2001DE-1025206	May 14, 2001
DE 10125206B4	N/A	2001DE-1025206	May 14, 2001
EP 1260838B1	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
DE 50204149G	N/A	2002DE-0504149	May 14, 2002
DE 50204149G	N/A	2002EP-0090174	May 14, 2002
DE 50204149G	Based on	EP <u>1260838</u>	N/A

INT-CL (IPC): B23K026/00, B23K026/06, B23K026/36, B23K026/40,  
C03C023/00, C04B035/52, C04B041/00, G02B006/12

ABSTRACTED-PUB-NO: EP 1260838A

**BASIC-ABSTRACT:**

**NOVELTY** - At least two temporally formed laser pulses are aimed one after the other at the surface of the material. The distance between successive pulses is set shorter or equal to pico-seconds so that the following pulse enters the modification caused by the first pulse. The energy and duration of the pulse are set as a function of the material.

**DETAILED DESCRIPTION** - Preferably the energy and duration of successive pulses are different. A wavelength depending on the material is also chosen for each single pulse.

**USE** - For direct microstructuring of materials.

**ADVANTAGE** - Cracks and strains in the material are avoided.

**CHOSEN-DRAWING**: Dwg.0/2

**TITLE-TERMS**: PROCESS DIRECT MATERIAL ONE ULTRA SHORT SINGLE PULSE PULSE TRAIN

DEFINE ENERGY INPUT MATERIAL

**DERWENT-CLASS**: L02 P55 P81 V07 V08 X24

**CPI-CODES**: L02-A;

**EPI-CODES**: V07-G04; V08-A07A; V08-A08; X24-D03X;

**SECONDARY-ACC-NO**:

CPI Secondary Accession Numbers: C2003-031928

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2003-097568



(19)

Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

EP 1 260 838 A2

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
27.11.2002 Patentblatt 2002/48

(51) Int Cl. 7: G02B 6/12, C04B 35/52,  
C03C 23/00, B23K 26/00

(21) Anmeldenummer: 02090174.0

(22) Anmeldetag: 14.05.2002

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 14.05.2001 DE 10125206

(71) Anmelder: Forschungsverbund Berlin e.V.  
12489 Berlin (DE)

(72) Erfinder:  
• Boyle, Mark  
10961 Berlin (DE)

• Rosenfeld, Akard  
10409 Berlin (DE)  
• Hertel, Ingolf  
14129 Berlin (DE)  
• Stoian, Razwan  
10709 Berlin (DE)  
• Korn, Georg  
14532 Kleinmachnow (DE)  
• Thoss, Andreas  
10243 Berlin (DE)

(74) Vertreter: Rudolph, Margit et al  
Forschungsverbund Berlin e.V.,  
Rudower Chaussee 17  
12489 Berlin (DE)

### (54) Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien

(57) Bei einem Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien mittels mindestens eines ultrakurzen Einzelpulses oder einer Pulsfolge mit definiter Energiedichte in das Material werden erfindungsgemäß zur Vermeidung von Mikrorissen und Spannungen nacheinander mindestens zwei zeitlich geförmte Laserpulse oder Pulszüge auf die Oberfläche des zu bearbeitenden Materials gerichtet und wird der Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse oder Pulszüge kleiner oder gleich Pikosekunden eingestellt, sodass der folgende Puls noch in die bewirkte Änderung des ersten Pulses im zu bearbeitenden Material trifft, und Energie und Dauer des Pulses werden in Abhängigkeit vom zu bearbeitenden Material eingestellt.

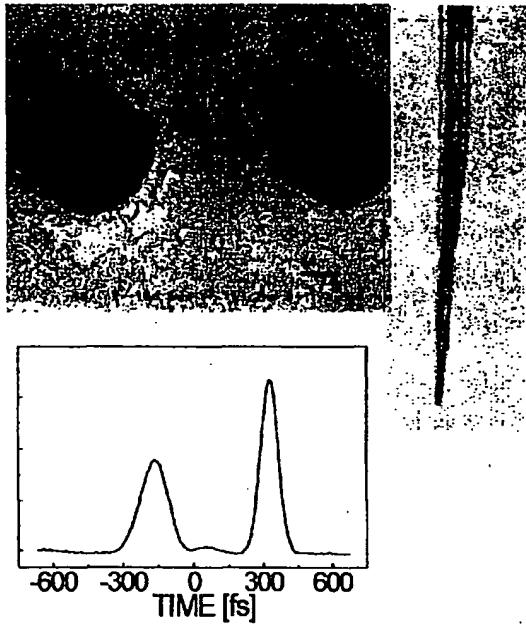


Fig. 2

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien mittels mindestens eines ultrakurzen Einzelpulses oder einer Pulsfolge mit definiertem Energieeintrag in das Material.

[0002] Die direkte Mikrostrukturierung verschiedener Materialien umfasst hier sowohl bei transparenten Materialien die Modifikation des Materials, die zu einer Änderung seiner optischen Eigenschaften (z.B. Transmissionsänderung durch Brechungsindexänderung oder auch massiven Materialabtrag oder Transformation der Phase des Materials) an der bestrahlten Stelle führt, als auch bei nicht transparenten Materialien ebenfalls einen Materialabtrag bzw. eine Phasentransformation, d.h. Übergang von einer Kristallstruktur in eine andere.

[0003] Bisher sind dem Stand der Technik nach Verfahren bekannt, bei denen (beispielsweise in LaserOpto 31(3), 91-97 (1999) beschrieben) mit einem Einzelpuls oder einer Pulsfolge definierter Zahl die Modifikation an der Oberfläche bzw. bei transparenten Materialien im Inneren erzeugt wird, wobei bei allen verwendeten Laserpulslängen jeweils die Pulsintensität so gewählt wird, dass die Modifikationsschwelle je Einzelpuls überschritten wird. Wie in Phys. Rev. Lett. 74, 2248-2251 (1995) berichtet wird, hängt die Modifikationsschwelle von der Dauer der verwendeten Impulse und der Wellenlänge ab.

[0004] In DE 197 11 049 ist ein Verfahren zur Herstellung von räumlichen Mikrostrukturen in transparenten Materialien mittels Laserbestrahlung beschrieben. Hierbei wird bei einer in Abhängigkeit des zu strukturierenden Materials auf der Materialoberfläche einzustellenden Größe des Fokus des Laserstrahls die Intensität des Laserimpulses unterhalb der Schwelle für die Oberflächenmodifikation und oberhalb der kritischen Intensität, bei der die Selbstfokussierung im Volumen beginnt, und die Tiefenlage der zu erzeugenden Struktur über die Impulslänge und/oder die Impulsenergie eingestellt. Das Verfahren nutzt den nichtlinearen optischen Effekt der Selbstfokussierung, wodurch im Volumen dieser Materialien Mikrostrukturen erzeugt werden. Das Verfahren ist jedoch nicht geeignet, um Strukturen im Materialinnern auf Größen unter 2 µm zu begrenzen, da aufgrund der Fokussierungsbedingungen bei der Mikrostrukturierung mit Hilfe der Selbstfokussierung der Energieeintrag in das Material oberhalb der Strukturierungsschwelle liegt und nur Einzelpulse benutzt werden.

[0005] Wird zur Veränderung des Materials eine Pulsfolge verwendet, so beträgt der Abstand der aufeinanderfolgenden Pulse minimal einige Nanosekunden, wie beispielsweise in CLEO 2000 Technical Digest, CWT4, 375-376 (2000) und ebenda, CFD3, 580 (2000) berichtet, in der Regel jedoch einige Zehntel Millisekunden bis einige Millisekunden, was abhängig ist von der Folgefrequenz des verwendeten Lasersystems.

[0006] Für Materialveränderungen im Mikrometerbe-

reich werden aufgrund des geringen Energieeintrags Laserpulse mit einer Dauer von einigen Zehn Pikosekunden bzw. Sub-Pikosekunden, wie in der bereits erwähnten Veröffentlichung Phys. Rev. Lett. 74, 2248-2251 (1995) berichtet, verwendet.

[0007] Bei den dem Stand der Technik nach bekannten Lösungen zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien treten Mikrorisse und Spannungen auf, die die Qualität der gewünschten Strukturierung vermindern.

[0008] Es ist deshalb Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien anzugeben, bei dem die genannten Nachteile vermieden werden.

[0009] Die Aufgabe wird durch ein Verfahren der ein- gangs genannten Art dadurch gelöst, dass erfindungsgemäß nacheinander mindestens zwei zeitlich geformte Laserpulse oder Pulszüge auf die Oberfläche des zu bearbeitenden Materials gerichtet werden und der Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse oder Pulszüge kleiner oder gleich Pikosekunden eingestellt wird, so dass der folgende Puls noch in die bewirkte Änderung des ersten Pulses im zu bearbeitenden Material trifft, und Energie und Dauer des Pulses in Abhängigkeit vom zu bearbeitenden Material eingestellt werden.

[0010] Das erfindungsgemäße Verfahren, bei dem die in das zu bearbeitende Material eingespeiste Energie auf mehrere Pulse verteilt wird, ermöglicht die Einflussnahme auf die in sehr kurzer Zeit ablaufenden Primärprozesse, indem die relative Intensität und die Pulsdauer der einzelnen aufeinanderfolgenden Pulse und ihr zeitlicher Abstand zueinander variiert wird. Damit ist die Ausnutzung der primären Prozesse möglich, die in jedem Material nach Einwirkung eines intensiven Laserpulses ablaufen. Unter diesen Laserpulsen versteht man z.B. die Anregung einer großen Anzahl von Elektronen aus dem Valenz- ins Leitungsband bei transparenten Materialien (wie beispielsweise in Nucl. Instr. Phys. Res. B 116, 43-48 (1996) beschrieben), sodass der Zustand des transparenten Materials metallähnlich wird. In diesem metallähnlichen Zustand wird das ansonsten transparente, spröde und brüchige Material für sehr kurze Zeit (für die Dauer von Sub-Pikosekunden) duktil, d.h. es wird zäh wie ein Metall. Nun lässt sich das Material mit einem nachfolgenden Laserpuls passender

Dauer und Intensität so bearbeiten, dass Risse und Spannungen im Material vermieden werden. Sind die Primärprozesse, hervorgerufen durch den ersten Laserpuls, abgeklungen, kehrt das Material in seinen ursprünglichen Zustand zurück, es ist aber nun an der bestrahlten Stelle in gewünschter Weise modifiziert. Spannungen und Risse, wie sie bei einzelnen Laserpulsen oder Laserpulszügen mit Nanosekunden- oder grösstrem Abstand aufgrund der Materialsprödigkeit auftreten, werden in dem erfindungsgemäßen Verfahren vermieden.

[0011] In einer erfindungsgemäßen Ausführungsform liegt die Energie jedes Einzelpulses unterhalb der Mikrostrukturierungsschwelle (das ist die minimale Ener-

gie, bei der eine Veränderung des Materials - wie ein-  
gangs beschrieben - eintritt) und nur die Summe aller  
Pulse über dieser, sodass ein sehr schonender Ener-  
gieeintrag in das zu bearbeitende Material erfolgt, wo-  
durch - wie bereits erwähnt - das Auftreten von Span-  
nungen und Rissen minimiert wird. Die Voraussetzung  
hierfür ist, dass jeweils der nachfolgende Puls von dem  
vorangegangenen Puls noch etwas "merkt". Das ist nur  
auf einer Sub-Pikosekunden- oder Pikosekunden-Zeit-  
skala der Fall.

[0012] Aufgrund der kurzen Impulsdauern und der  
kleinen Zeitabstände zwischen den einzelnen Pulsen im  
erfindungsgemäßen Verfahren ist eine Anregung in  
sehr kurzelebig instabile Zwischenzustände möglich.  
Trifft nun ein nachfolgender Puls genau in diesen Zu-  
stand, kann durch dessen Anregung ein neuer Zustand  
erreicht werden, der auf direktem Wege (mit nur einem  
Laserpuls) nicht ansteuerbar ist.

[0013] In einer Ausführungsform der Erfindung ist vor-  
gesehen, Energie und Dauer der aufeinanderfolgenden  
zeitlich geformten Pulse unterschiedlich einzustellen  
und damit spezifische Bedingungen für unterschiedli-  
che Materialien zu ermöglichen.

[0014] Eine andere Ausführungsform sieht vor, zu-  
sätzlich für jeden Einzelpuls eine in Abhängigkeit des  
zu bearbeitenden Materials beliebige Wellenlänge ein-  
zustellen.

[0015] Für die Mikrostrukturierung von Quarzglas  
werden zwei Laserpulse auf die Oberfläche des zu be-  
arbeitenden Materials fokussiert, deren Pulsabstand  
0,6 ps und deren Pulsdauer jeweils 0,2 ps beträgt.

[0016] Für die Mikrostrukturierung von Graphit wer-  
den in einer weiteren Ausführungsform mindestens  
zwei Laserpulse verwendet, deren Impulslänge kleiner  
als 0,2 ps und deren Abstand geringer oder gleich 2 ps  
ist, wobei eine Phasentransformation der Graphitstruk-  
tur in eine Diamantstruktur erzeugt wird.

[0017] In dem erfindungsgemäßen Verfahren können  
die ultrakurzen Laserpulse, deren Abstand zweier auf-  
einanderfolgender Pulse kleiner oder gleich Pikosekun-  
den eingestellt wird, mittels der pulsformenden Methode  
in einem Kurzpuls laser, vorzugsweise einem CPA(chir-  
ped pulse amplification)-Lasersystem (z.B. in OPTICS  
LETTERS, Vol. 23, No. 20, October 15, 1998,  
1612-1614 beschrieben), erzeugt werden, wie in einer  
anderen Ausführungsform vorgesehen.

[0018] Im Ergebnis des erfindungsgemäßen Verfah-  
rens zur direkten Mikrostrukturierung von Materialien  
können diese Änderungen permanent oder auch nicht  
permanent sein. Das erfindungsgemäße Verfahren er-  
fordert keine (chemische) Nachbearbeitung der erziel-  
ten Strukturänderung.

[0019] Weitere Ausführungsformen der Erfindung  
sind in den Unteransprüchen und in dem folgenden Aus-  
führungsbeispiel angegeben, das anhand von Figuren  
näher erläutert wird.

[0020] Figur 1 zeigt in einer Mikroskopaufnahme das  
Ergebnis einer Modifikation von Quarzglas in der Drauf-

sicht und Seitenansicht mit einem Einzelpuls, dessen  
Verlauf darunter dargestellt ist, Figur 2 zeigt in einer Mi-  
kroskopaufnahme die entsprechenden Ansichten der  
Modifikation mittels eines Doppelpulses.

5 [0021] Für die Modifikation einer Quarzglasscheibe  
gemäß dem Stand der Technik wird diese mit einem  
Puls eines Ti-Saphir-Lasers bestrahlt, der eine Grund-  
wellenlänge von 800 nm aufweist. Die Pulsdauer dieses  
Einzelpulses beträgt 0,2 ps, seine Intensität beträgt ca.  
10 80 J/cm<sup>2</sup>. Erkennbar ist in der Seitenansicht in Fig. 1  
eine Filamentierung des Kanals. Diese wird bei der Mo-  
difikation mit einem Doppelpuls gemäß dem erfindungs-  
gemäßen Verfahren mit dem o.g. Lasers, dessen Im-  
pulslänge, Phase und Amplitude variiert werden, vermie-  
15 den. Das Ergebnis ist in Figur 2 erkennbar. Die beiden  
Pulse werden mit einem Abstand von ca. 0,6 ps auf die  
Quarzglasscheibe gerichtet. Die Gesamtenergie ist die  
gleiche wie zur Fig. 1 angegeben. Auf der linken Seite  
20 der Mikroskopaufnahme in Fig. 1 sind Risse im Material  
zu erkennen, diese treten nicht mehr auf bei einer Mi-  
krostrukturierung mit einem Doppelpuls.

#### Patentansprüche

25 1. Verfahren zur direkten Mikrostrukturierung von Ma-  
terialien mittels mindestens eines ultrakurzen Ein-  
zelpulses oder einer Pulsfolge mit definierter En-  
ergieeintrag in das Material,  
dadurch gekennzeichnet, dass  
30 nacheinander mindestens zwei zeitlich geformte  
Laserpulse oder Pulszüge auf die Oberfläche des  
zu bearbeitenden Materials gerichtet werden und  
der Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse  
oder Pulszüge kleiner oder gleich Pikosekunden  
35 eingestellt wird, sodass der folgende Puls noch in  
die bewirkte Änderung des ersten Pulses im zu be-  
arbeitenden Material trifft,  
und Energie und Dauer des Pulses in Abhängigkeit  
40 vom zu bearbeitenden Material eingestellt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet, dass  
45 Energie und Dauer der aufeinanderfolgenden zeit-  
lich geformten Pulse unterschiedlich eingestellt  
werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet, dass  
50 zusätzlich für jeden Einzelpuls eine in Abhängigkeit  
des zu bearbeitenden Materials beliebige Wellen-  
länge eingestellt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet, dass  
55 die Energie jedes Einzelpulses unterhalb der Mikro-  
strukturierungsschwelle und die Summe aller Pulse  
über dieser liegt.

5. Verfahren nach Anspruch 1,  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
die ultrakurzen zeitlich geformten Laserpulse, de-  
ren Abstand zweier aufeinanderfolgender Pulse  
kleiner oder gleich Picosekunden eingestellt wird, 5  
mittels der pulsformenden Methode in einem Kurz-  
puls laser, vorzugsweise einem CPA(chirped pulse  
amplification)-Lasersystem, erzeugt werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1, 10  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
für die Mikrostrukturierung von Quarzglas zwei La-  
serpulse auf die Oberfläche fokussiert werden, de-  
ren Pulsabstand 0,6 ps und deren Pulsdauer je-  
weils 0,2 ps beträgt. 15

7. Verfahren nach Anspruch 1, 20  
**dadurch gekennzeichnet, dass**  
für die Mikrostrukturierung von Graphit mindestens  
zwei Laserpulse verwendet werden, deren Impuls-  
länge kleiner als 0,2 ps und deren Abstand geringer  
oder gleich 2 ps ist, wobei eine Phasentransforma-  
tion der Graphitstruktur in eine Diamantstruktur er-  
zeugt wird. 25

25

30

35

40

45

50

55

**BEST AVAILABLE COPY**

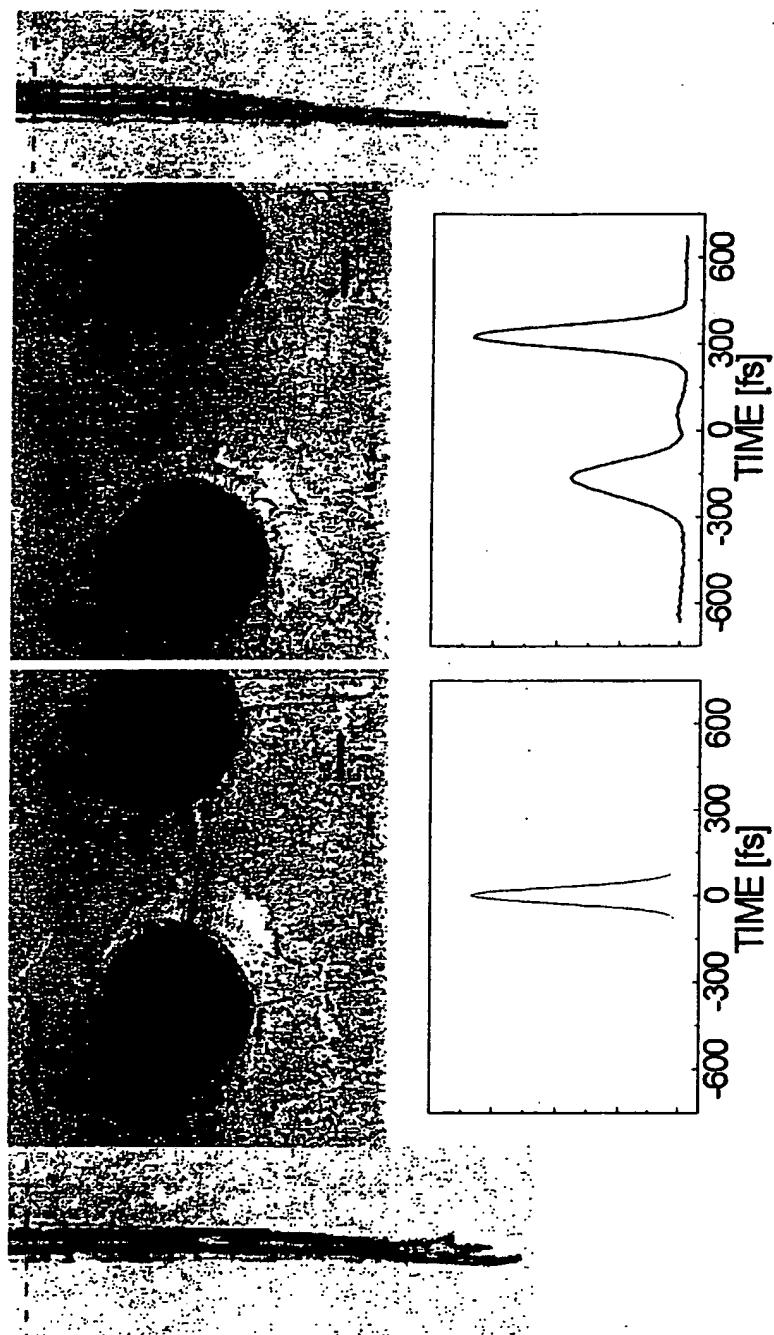


Fig. 1  
Fig. 2